

## Ti-6Al-4V合金の衝撃靱性におよぼす水素添加の影響

著者	新家 光雄, 小林 俊郎
雑誌名	日本金属学会誌
巻	50
号	5
ページ	449-455
発行年	1986
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/53387">http://hdl.handle.net/10097/53387</a>

## Ti-6Al-4V 合金の衝撃靱性におよぼす水素添加の影響

新家 光雄\* 小林 俊郎\*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 50, No. 5 (1986), pp. 449-455

## Effect of Hydrogen Charging on the Impact Toughness of Ti-6Al-4V Alloys

Mitsuo Niinomi\* and Toshiro Kobayashi\*

Ti-6Al-4V alloys variously heat treated are hydrogenated by cathodic charging. The impact toughness of these alloys are evaluated using an instrumented Charpy impact testing machine. Then, the relationship between the hydrogen embrittlement and the heat treatment condition, i.e. the microstructural factor is examined.

The reduction ratio of energy ( $r_i$ ,  $r_p$ ,  $r_t$ ) and that of fracture load ( $r_f$ ) which indicate the degree of hydrogen embrittlement increase with hydrogen charging time. These reduction ratios increase with the width of hydrogen embrittled fracture surface, which is equivalent to the width of hydride precipitated zone, and with the decrease of the areal percentage of primary  $\alpha$  in the equiaxed  $\alpha$  structure. The width of hydrogen embrittled fracture surface is in linear relationship with the hydrogen content. Ti-hydride precipitates mainly at  $\alpha$ - $\beta$  interface and also in  $\alpha$  phase. Hydrogen embrittled cracks propagate mainly along primary  $\alpha$ - $\beta$  interfaces where much hydride exists, and sometimes propagates through primary  $\alpha$  in the equiaxed  $\alpha$  structure. On the other hand, cracks propagate mainly across acicular  $\alpha$  phase in the acicular  $\alpha$  structure.

(Received December 27, 1985)

**Keywords:** titanium-6aluminium-4vanadium alloy, impact toughness, hydrogen embrittlement, instrumented Charpy test, microstructural factor

## I. 緒 言

チタン合金は、耐食性が良好であり、比強度が高いことから、化学工業、原子力工業および航空宇宙産業方面での構造材料への使用が最近特に増大する傾向にある。ところが、チタン合金は水素貯蔵用合金として注目されている合金系<sup>(1)</sup>もあるように水素吸蔵能力が高く、水素を吸収した場合には、その固溶限を越えると水素化物を形成し、著しい脆化傾向を示すことが認められている<sup>(2)</sup>。したがって、上記産業方面では、水素と接触するような条件下で使用される場合がかなり多いと考えられ、水素脆化による破損事故が発生する可能性は極めて高い。このことから、チタン合金における水素脆化の可能性は、SCC<sup>(3)</sup> (応力腐食割れ)と同様、古くから指摘され、関連報告<sup>(4)</sup>も多く見受けられるが、チタン合金の需要が少なかったためか、極めて初期の段階に留まっているのが現状と言える。したがって、これまでの研究では、純チタンに関するもの<sup>(5)-(7)</sup>が多く、主に水素化物層の形成能や組成に関連しており、実用合金として重要な位置を占める ( $\alpha$ + $\beta$ ) 型合金の靱性、特に衝撃荷重下での靱性に対して、水素がおよぼす影響をマイクロ組織と関連させて検討した報告例は、極めて少ない。

本研究では、実用合金として最も多用されている、( $\alpha$ + $\beta$ ) 型 Ti-6Al-4V 合金に注目し、この合金のマイクロ組織を熱処理により種々変化させ、電解チャージ法により水素を添加したときの靱性を計装化シャルピー衝撃試験により評価し、マイクロ組織と衝撃荷重下での水素脆化挙動との関係を検討した。

## II. 実験方法

本研究では、Table 1 に化学組成を示す厚さ 12 mm の Ti-6Al-4V 合金熱延板を供試材とした。本熱延板の  $\frac{1}{4}$  板厚の位置から  $(4 \times 12 \times 65) \times 10^{-3}$  m の寸法の試料を長手方向が圧延方向になるように採取し、Table 2 に示す種々の熱処理を施した。この熱処理により、A~F では等軸  $\alpha$  組織を、G~J では針状  $\alpha$  組織を呈した。その後、Fig. 1 に示す  $(2 \times 10 \times 65) \times 10^{-3}$  m の V ノッチ付試験片に加工した。次に、同じく Fig. 1 に模式的に示すように、この試験片を陰極とし、白金線を陽極として、313 K に保持された

Table 1 Chemical composition of material (mass%).

Material	Al	V	Fe	O	C	H	N
Ti-6Al-4V	6.37	4.01	0.15	0.101	0.008	0.0029	0.0099

\* 豊橋技術科学大学生産システム工学系 (Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology, Toyohashi)

Table 2 Heat treatment condition of material.

Mark	Solution treatment	Aging treatment	Morphology of $\alpha$
A	978 K-7.2 ks AC, annealing		equiaxed $\alpha$
B	1173 K-3.6 ks AC	813 K-14.4 ks AC	equiaxed $\alpha$
C	1173 K-3.6 ks WQ	813 K-14.4 ks AC	equiaxed $\alpha$
D	1228 K-3.6 ks AC	813 K-14.4 ks AC	equiaxed $\alpha$
E	1228 K-3.6 ks WQ	813 K-14.4 ks AC	equiaxed $\alpha$
F	1228 K-3.6 ks WQ	978 K-14.4 ks AC	equiaxed $\alpha$
G	1338 K-3.6 ks WQ	813 K-14.4 ks AC	acicular $\alpha$
H	1338 K-3.6 ks WQ	978 K-14.4 ks AC	acicular $\alpha$
I	1423 K-3.6 ks AC	813 K-14.4 ks AC	acicular $\alpha$
J	1423 K-3.6 ks WQ	813 K-14.4 ks AC	acicular $\alpha$

AC: air cooling, WQ: water quenching

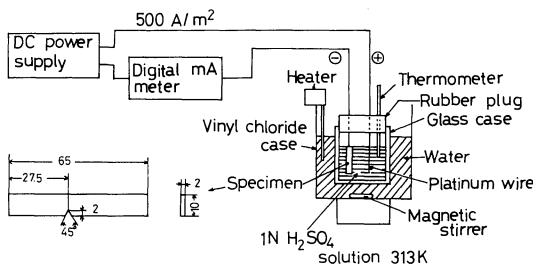


Fig.1 Specimen geometry and schematic diagram of experimental equipment for hydrogen charging.

1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 水溶液中にて電流密度 500 A/m<sup>2</sup> 一定で, 1.92 ~ 172.80 ks の間の所定の時間電解した. この操作により, 試験片(陰極)側に分子状水素が発生し, 試験片表面にて原子状水素に解離後, 試験片内部へ拡散浸透して水素添加が達成される. 水素添加後, 試験片を取り出し, 水洗乾燥後, 長さ  $5.5 \times 10^{-2}$  m に精密切断機により切断し, 計装化シャルピー衝撃試験に供した. この場合, 試験片を電解浴から取出してから計装化シャルピー衝撃試験完了までの時間は 1.8 ks 以内とした. 本試験は, 容量 98 J の試験機を使用し, 持上角 45°(衝撃速度 1.5 m/s)にて行い, 荷重-変位曲線を求めて, 演算装置により, 各種エネルギーおよび破壊荷重を算出した<sup>(8)</sup>. すなわち, 最大荷重点以前の吸収エネルギー ( $E_i$ : 公称き裂発生エネルギー), 最大荷重点以後の吸収エネルギー ( $E_p$ : 公称き裂伝播エネルギー), 全吸収エネルギー ( $E_t = E_i + E_p$ ) および最大荷重 (= 破壊荷重:  $P_m$ ) を得た. その後, 破断した試験片の破面を走査型電子顕微鏡 (SEM: 日立 X650 型) を用いて観察し, 破面形態を検討した. また, 破断試料から約  $(10 \times 10 \times 2) \times 10^{-3}$  m の試料を切り出し, 破断試料の表面を X 線回折により同定した. その際, 一部の試料については, エメリ・ペーパーにより徐々に削ってゆき, 各位置において X 線回折を行い, 試料表面から内部への X 線回折図形の変化を調べた. なお, 削り取った深さは, マイクロメータにより測定した. 対陰極には Cu,

フィルタには Ni を用い, 使用電圧および電流は各々 30 kV および 15 mA であった. また, 代表的な試料について, 破断後の試料からジェット研磨法により薄膜試料を作製し, 透過型電子顕微鏡 (TEM: 日立 H 800) 観察を行った. 電解液には, メタノール 62.5%, ブタノール 31% および過塩素酸 6.5% の組成のものを用いた. 研磨温度は約 243 K で, 電解電圧は 14 ~ 15 V であった.

### III. 実験結果および考察

#### 1. 水素添加時間と衝撃靱性との関係

Fig.2 に, 水素無添加材および添加材について, 計装化シャルピー試験で得られた荷重-変位曲線の代表例を示す. なお, この図中には本研究で定義している各吸収エネルギー ( $E_i$ ,  $E_p$ ,  $E_t$ ) および破壊荷重 ( $P_m$ ) も模式的に示してある (Fig.2 (c)). 水素無添加材では延性的な破壊を示しているが, 水素添加材では明らかに強度および延性の両方で脆化を示しているのがわかる.

本研究では, 水素添加による衝撃靱性低下度を評価するために, 計装化シャルピー衝撃試験で求められる各吸収エネルギーおよび破壊荷重の減少率を, 各々次のように定義する.

$$r_i = (E_{i0} - E_{ih}) / E_{i0} \times 100 \quad (1)$$

$$r_p = (E_{p0} - E_{ph}) / E_{p0} \times 100 \quad (2)$$

$$r_t = (E_{t0} - E_{th}) / E_{t0} \times 100 \quad (3)$$

ここで,  $r_i$ : 公称き裂発生エネルギー減少率 (%),  $r_p$ : 公称き裂伝播エネルギー減少率 (%),  $r_t$ : 全吸収エネルギー減少率 (%),  $E_{i0}$ ,  $E_{p0}$ ,  $E_{t0}$ : 各々水素無添加材の公称き裂発生エネルギー, 伝播エネルギーならびに全吸収エネルギー,  $E_{ih}$ ,  $E_{ph}$ ,  $E_{th}$ : 各々水素添加材の公称き裂発生エネルギー, 伝播エネルギー, ならびに全吸収エネルギーである. また,

$$r_1 = (P_{m0} - P_{mh}) / P_{m0} \times 100 \quad (4)$$

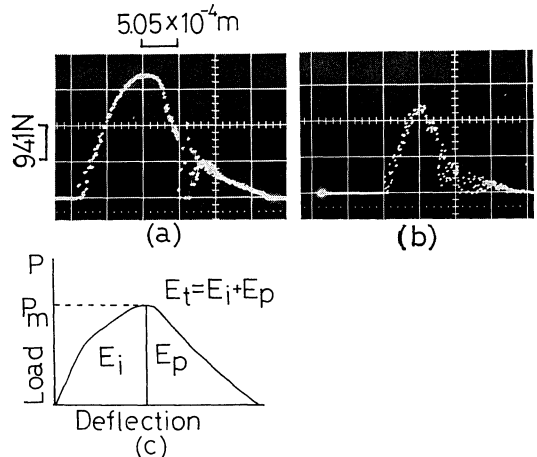


Fig.2 Typical load-deflection curves.

(a) Non-charged (heat treatment I).

(b) Hydrogen charged (heat treatment I).

(c) Schematic interpretation of each absorbed energy ( $E_i$ ,  $E_p$ ,  $E_t$ ) and maximum load ( $P_m$ ).

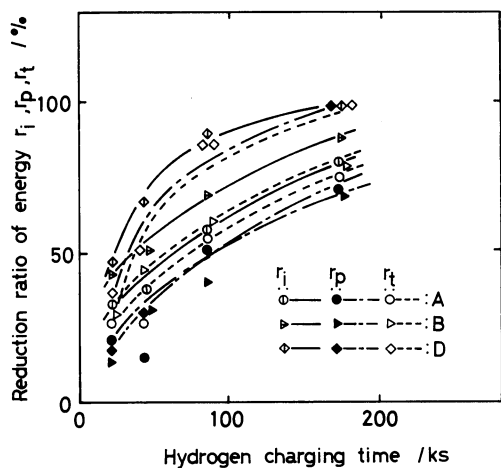


Fig.3 Effect of hydrogen charging time on reduction ratio of energy  $r_i$ ,  $r_p$  and  $r_t$ .

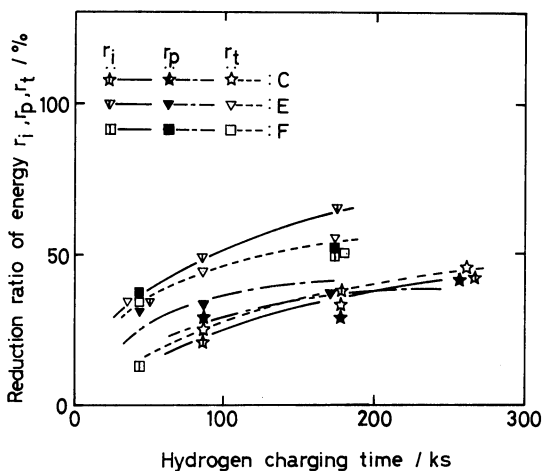


Fig.4 Effect of hydrogen charging time on reduction ratio of energy  $r_i$ ,  $r_p$  and  $r_t$ .

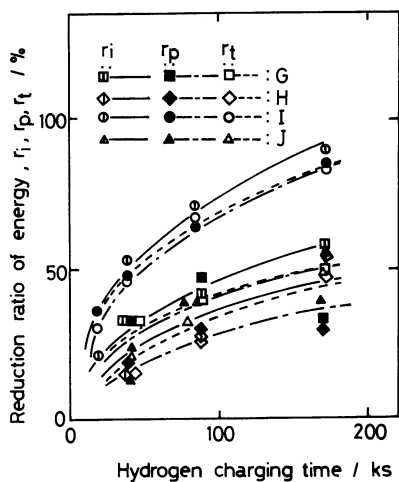


Fig.5 Effect of hydrogen charging time on reduction ratio of energy  $r_i$ ,  $r_p$  and  $r_t$ .

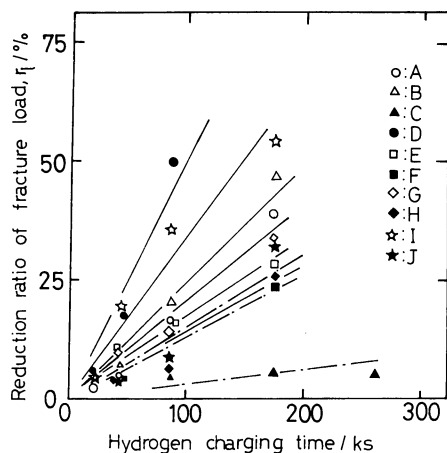


Fig.6 Effect of hydrogen charging time on reduction ratio of fracture load  $r_1$ .

ここで、 $r_1$ :破壊荷重減少率(%),  $P_{mo}$ :水素無添加材の最大荷重,  $P_{mh}$ :水素添加材の最大荷重である。

Fig.3, 4 および 5 に、各種熱処理材につき水素添加時間と  $r_i$ ,  $r_p$  あるいは  $r_t$  との関係を示す。いずれの試料の場合にも、水素添加時間の増加に伴い  $r_i$ ,  $r_p$  および  $r_t$  は、放物線的に増加しており、水素の添加量とともにき裂発生および伝播抵抗が低下してゆくことがわかる。この場合、若干の例外は認められるが、総じて  $r_i$  の方が  $r_p$  に比較して大きな値を示しており、き裂発生抵抗の方が伝播抵抗よりも減少率が大きい。

次に、Fig.6 に水素添加時間と  $r_1$  との関係を示す。いずれの試料でも水素添加時間に対してほぼ直線的に  $r_1$  が増加しており、水素添加量とともに強度が低下してゆくことがわかる。

## 2. 水素脆性におよぼす熱処理条件の影響

Fig.3, 4 および 5 からわかるように、溶体化後の冷却条件が同一のとき  $\beta$  トランザス温度 (1265 K) まで (等軸  $\alpha$  組織) は、若干の例外はあるが、溶体化温度が高い程各エネルギー減少率 ( $r_i$ ,  $r_p$ ,  $r_t$ ) が増加し、 $\beta$  トランザス温度以上での溶体化温度 (針状  $\alpha$  組織) になると低下する傾向にある。この場合、 $\beta$  トランザス温度以下の溶体化温度 1173 K の場合 (等軸  $\alpha$  組織) よりも各エネルギー減少率が大きい、1228 K の場合 (等軸  $\alpha$  組織) よりも小さい。また、溶体化条件別について見ると、溶体化後水冷した場合の方が空冷した場合よりも各エネルギー減少率が小さい。この点は、水素無添加材の各エネルギー (靱性) に対する溶体化後の冷却条件の影響を調べた前報<sup>(9)</sup>の結果とは、逆の傾向である。試料 E, F, G および H は、時効温度の影響を検討するために実験を行っている。この場合、針状  $\alpha$  組織を示す試料 (G, H) では時効温度が高い方がやや各エネルギー減少率が小さいが、等軸  $\alpha$  組織を示す試料 (E, F) ではほぼ同程度であり、時効温度の影響を明瞭にすることはできなかった。破壊荷重減少率の増加傾向は、Fig.6 からわかるよう

に、ほぼエネルギー減少率の増加傾向に類似しているが、時間による変化は直線的である。以後、エネルギーおよび破壊荷重減少率が增大あるいは減少する傾向を各々水素脆化傾向が高いあるいは低いと表現することとする。

### 3. 破面情報と衝撃靱性

**Fig.7** は、等軸 (a) および針状 (b)  $\alpha$  組織試料の水素添加材マクロ破面の代表例を示している。両者とも試験片側面に平滑な脆性破面 (水素脆性破面) が存在し、その内部の破面は水素無添加材の破面と同様の延性的破面形態となっている。水素無添加材では、通常、試験片側面にはせん断型破面、すなわちシェアリップ<sup>(10)</sup> が形成され、そのため、

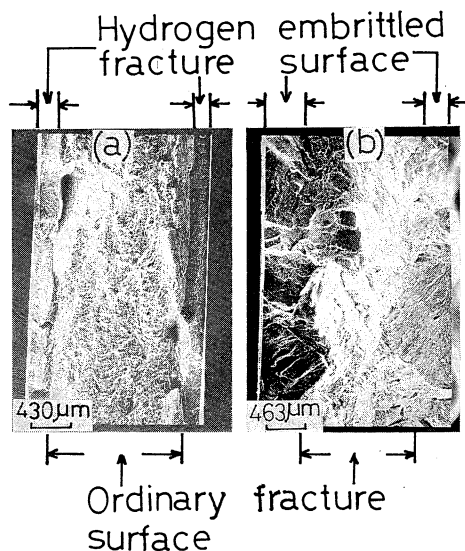


Fig.7 Typical fracture surfaces.

- (a) Equiaxed  $\alpha$  structure (heat treatment C: hydrogen charged for 43.2 ks).  
 (b) Acicular  $\alpha$  structure (heat treatment I: hydrogen charged for 172.8 ks).

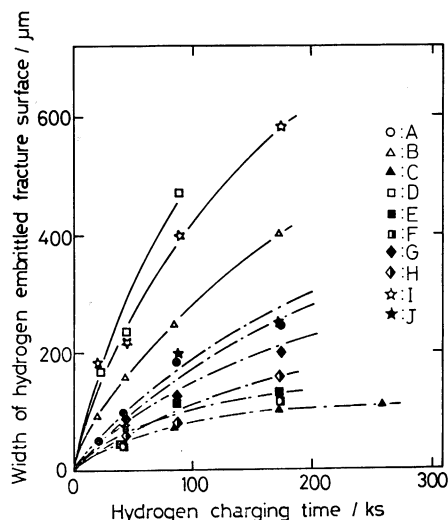


Fig.8 Relationship between hydrogen charging time and width of hydrogen embrittled fracture surface.

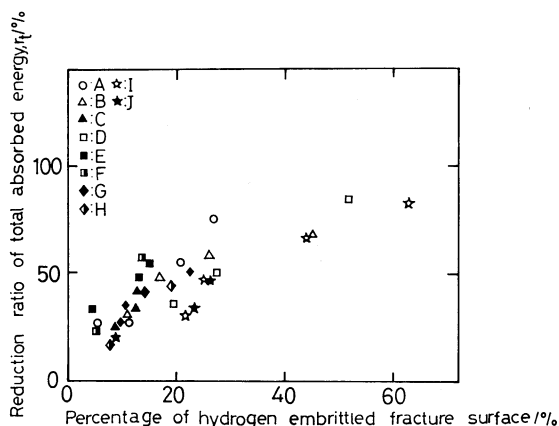


Fig.9 Relation between percentage of hydrogen embrittled fracture surface and reduction ratio of total absorbed energy,  $r_t$ .

板厚が薄いときには破面形成エネルギーを増大させる。したがって、水素添加により脆化領域が形成されると、試験片側面にシェアリップが生成しなくなり、本供試合金の衝撃靱性が著しく低下したと考えられる。また、水素脆性破面は、等軸  $\alpha$  組織試料ではその幅は均一であるが、針状  $\alpha$  組織試料では非常に不均一であり、針状  $\alpha$  相の方位により水素の拡散が著しく影響されることを示唆している。

次に、この水素脆性破面の平均幅を測定し、水素添加時間との関係として **Fig.8** に示す。水素脆性破面は、いずれの試料でも水素添加時間とともに放物線的に増大する傾向にある。したがって、本事実と **Fig.3, 4** および **5** とから、水素脆性破面の増大にともない、靱性が低下することが推定される。そこで、水素脆性破面の割合とエネルギー減少率の  $r_t$  との関係を検討し、**Fig.9** に示す。水素脆性破面率が増加するにつれて、 $r_t$  は増大し、靱性は低下することがわかる。

### 4. 水素化物析出領域について

**Fig.10** に、B 試料に 86.4 ks 間水素添加した場合の試料表面から内部の種々の位置での X 線回折図形を示す。試料表面から内部へほぼ  $10 \mu\text{m}$  の位置までは、 $\gamma$  相 ( $\text{TiH}_2$ : fcc 構造<sup>(11)</sup>) と考えられる水素化物のピークのみが認められるが、それよりもさらに内部へゆくと  $\gamma$  相のピークは徐々に低下し  $\alpha$  相 (hcp 構造) のピークが出現しはじめる。この場合には、いずれの位置においても  $\beta$  相 (bcc 構造) のピークが観察されていない。ただし、A 試料では比較的検出が容易であった。これは、A 試料での  $\beta$  相の量が多いためであると考えられる。さらに内部へ進み、試料表面からほぼ  $200 \sim 250 \mu\text{m}$  で、試料素地の X 線回折図形と一致する。したがって、この場合の水素化物析出領域は、ほぼ  $200 \sim 250 \mu\text{m}$  であると考えられ、これは **Fig.8** に示す水素脆性破面幅  $246 \mu\text{m}$  と一致する。

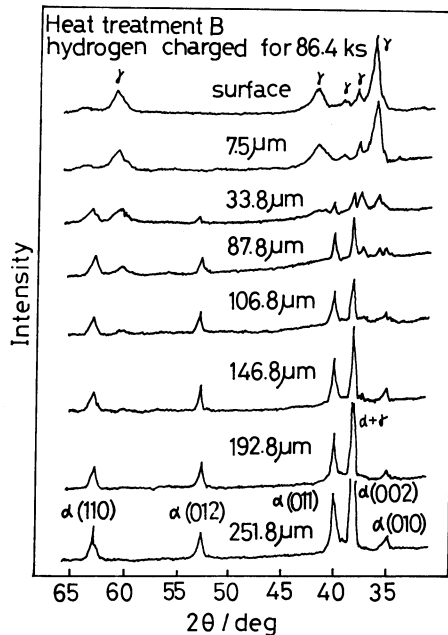


Fig.10 Change in X-ray diffraction pattern with depth beneath surface.

##### 5. 水素脆性破面幅と水素含有量

水素添加した各熱処理材の水素含有量を、水素脆性破面幅との関係として Fig.11 に示す。この場合、水素含有量は、試験片の切欠き近傍から、試験片長手方向に垂直に高さ  $2 \sim 3 \times 10^{-3}$  m に切り出した試片につき行っており、水素化物析出領域以外を含めた試料全体の水素含有量を代表している。水素脆性破面幅と水素含有量との関係は、ほぼ直線関係にあることがわかる。この直線関係より逸脱している点があるが、これは針状  $\alpha$  組織を示す試料の結果である。この試料では前述したように水素脆性破面幅 (= 水素化物析出領域) がかなり不均一で、試料の位置により水

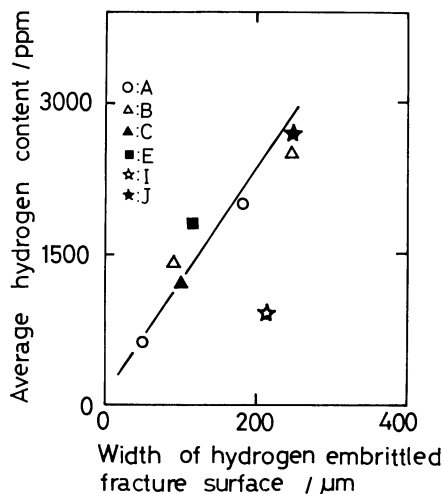


Fig.11 Relation between average hydrogen content and width of hydrogen embrittled fracture surface.

素拡散量にかなりの差が生じていると考えられる。したがって、水素脆性破面幅の測定値に比較的大きな誤差が生じ、かつ水素脆性破面測定位置と水素分析試料採取位置とが異なるため水素脆性破面幅と水素含有量との相関にずれが生じたと考えられる。このような点を除くと水素脆性破面幅より試料全体の水素含有量を推定することは可能である。

##### 6. 水素脆化機構およびマイクロ組織因子の影響

室温における  $\alpha$  および  $\beta$  相中への水素の固溶限は、各々 20 ppm 以下<sup>(4)</sup>および 6000 ppm<sup>(12)</sup>と言われている。このことは、X線回折によっても確認できる。Fig.10 に示すように、 $\alpha$  相のピークは水素化物析出領域から試料素地部まではほぼ同一角度に出現しており、水素の固溶による格子定数の変化がないことを示している。一方、 $\beta$  相のピークについては、この試料では出現していないが最もよく  $\beta$  相のピークが検出されたA試料では、 $\beta(200)$  のピークが水素化物析出領域で  $2\theta = 57.0^\circ$  から  $55.9^\circ$  までシフトし、格子定数が  $d = 0.32284$  nm から  $0.32868$  nm へと変化した。この事実は、 $\beta$  相中へ水素がかなり固溶することを示す。また、 $\beta$  相のピークのシフトは、水素化物析出領域よりもさらに内部でも認められたが、その詳細については検討していない。

一般に、水素原子の拡散速度は  $\alpha$  相中に比べ  $\beta$  相中で著しく高いと言われており、 $\alpha$  および  $\beta$  相中での拡散係数  $D_\alpha$  および  $D_\beta$  として、各々  $D_\alpha = 1.8 \times 10^{-6} \exp\{-(12380 \pm 680)/RT\} \sim 6 \times 10^{-6} \exp\{-(14400 \pm 800)/RT\}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ )<sup>(5)</sup> および  $D_\beta = 1.95 \times 10^{-7} \exp\{-(6640 \pm 500)/RT\}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ )<sup>(13)</sup> ( $T$ : 絶対温度,  $R$ : 気体定数)が報告されている。これより、 $T = 313$  K では、 $D_\alpha = 1.34 \times 10^{-16} \sim 1.14 \times 10^{-14}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) および  $D_\beta = (1.93 \sim 9.71) \times 10^{-12}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) となる。 $\beta$  相中へは水素がかなり固溶するため、厳密性を欠くが、本合金中の水素の拡散係数 ( $D$ ) の大きさを議論するため、ここでは水素化物析出領域が水素の拡散範囲であると仮定する。水素化物析出領域幅を  $X$  とすれば、Fick の第 1 法則を適用した Kidson の手法<sup>(14)</sup>によると、

$$X = 2r_0 \sqrt{Dt} \quad (5)$$

$r_0$ : 定数,  $t$ : 時間

のように  $X$  が  $\sqrt{t}$  に比例すれば、

$$(C_s - C_i) / (C_i - C_0) = \sqrt{\pi} \gamma_0 e^{\frac{7}{2}} \text{erf } \gamma_0 = F(\gamma_0) \quad (6)$$

$C_s$ : 試料表面の水素濃度,  $C_i$ : 水素化物析出領域と無析出領域境界での水素濃度,  $C_0$ : 初期水素濃度が成り立ち、これより  $\gamma_0$  を求めれば式 (5) より  $D$  を決定できる。本研究では、 $X$  は  $\sqrt{t}$  に対して直線的に増加したので、試験片表面層では  $\text{TiH}_2$  が、水素化物析出領域と無析出領域境界では  $\text{TiH}$  が存在すると仮定し (このとき  $\gamma_0 = 0.62$ )<sup>(6)</sup> 式 (5) より各試料での  $D$  を求めた。その結果、 $D = 1.87 \times 10^{-14} \sim 2.8 \times 10^{-12}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) が得られた。実際には、水素化物析出領

域よりも内部の  $\beta$  相中への水素の拡散固溶があるため、これよりも大きな値になると考えられる。いずれにせよ、 $D$  の値は、 $D_\alpha$  の値よりもかなり大きく、水素原子の拡散を抑制すると考えられる  $\alpha$  相が存在するにもかかわらず最大値で  $D_\beta$  のオーダーに達している。以上のことから、水素原子は  $\beta$  相中あるいは  $\alpha$ - $\beta$  界面を優先的に拡散移動し、 $\beta$  相の水素固溶限を越えると  $\alpha$ - $\beta$  界面に水素化物として析出すると考えられる。Fig.12 は、86.4 ks 間水素添加した B 試料の TEM 組織を示しているが、圓城らの報告<sup>(15)</sup>と同様、 $\alpha$  (この写真では初析  $\alpha$  相) -  $\beta$  界面の  $\alpha$  相側に水素化物が多く析出しており、このことを示唆している。また、本研究では  $\alpha$  相内にも水素化物が針状に析出していることがわかる。

さて、前述したように、等軸  $\alpha$  組織を示す試料では溶体化温度の上昇とともに水素脆化傾向が増すことから、初析  $\alpha$  相の存在割合が水素脆化に対し大きな影響をおよぼしていることが考えられる。そこで、初析  $\alpha$  相の面積率を測定し、 $r_i$ ,  $r_p$  および  $r_t$  におよぼす影響を検討した。Fig.13 に、水素添加時間 86.4 ks の場合を示すように、初析  $\alpha$  相の面積率が增大するとともに  $r_i$ ,  $r_p$  および  $r_t$  が減少することがわかる。これは、Fig.14 に模式的に説明

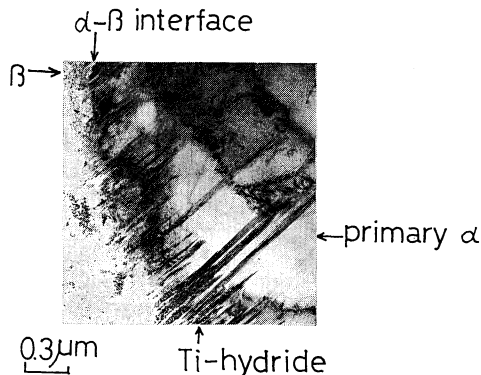


Fig.12 Typical TEM micrograph of Ti-hydride.

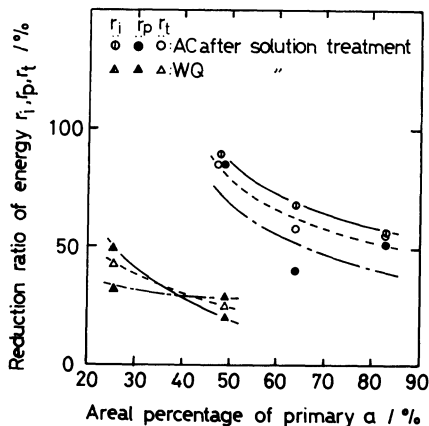


Fig.13 Effect of primary  $\alpha$  content on reduction ratio of absorbed energy (hydrogen charging time 86.4 ks).

するように、初析  $\alpha$  相が水素の拡散を抑制し水素化物析出領域の成長を抑制するためと考えられる。溶体化後空冷した試料に比べ水冷した試料の方がより低い水素脆化傾向

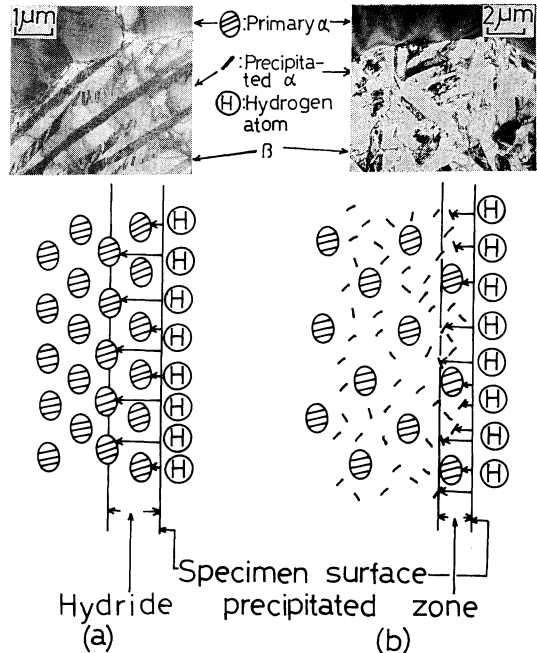


Fig.14 Schematic interpretation of the effect of primary  $\alpha$  on the formation of hydride precipitated zone and the difference in the tendency of hydrogen embrittlement between AC (a) and WQ (b) materials after solution treatment and aging.

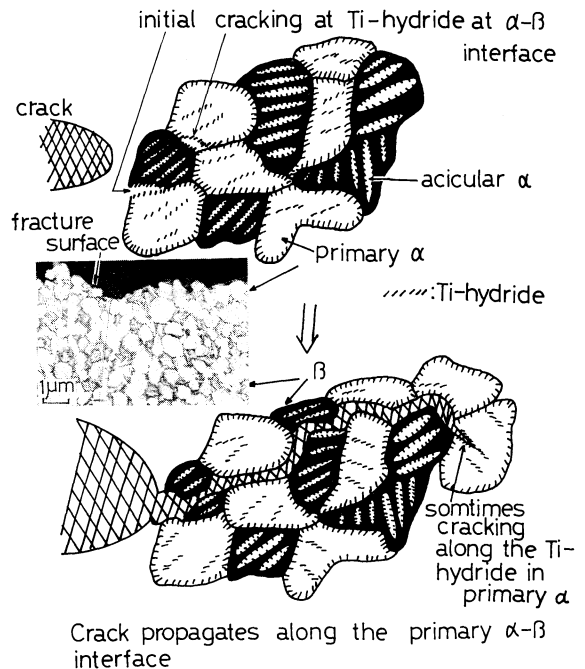


Fig.15 Schematic interpretation on the initiation and propagation of the hydrogen embrittled crack in the case of equiaxed  $\alpha$  structure.

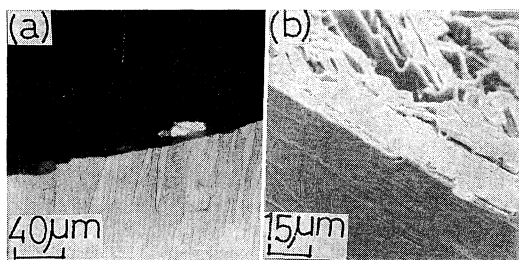


Fig.16 Typical fracture profile of acicular  $\alpha$  structure.

(a) Mainly crack propagates through acicular  $\alpha$  (optical micrograph).  
(b) Partially crack propagates along acicular  $\alpha$ - $\beta$  interface (SEM micrograph).

を示す。その機構を、Fig.14 の模式図により説明しよう。溶体化後空冷し時効した試料では、針状に析出した  $\alpha$  の方位が単調であり、その間に存在する  $\beta$  相および  $\alpha$ - $\beta$  界面が直線的である。一方、溶体化後水冷し時効した試料では、針状  $\alpha$  が多数微細に析出し、しかも種々の方位に成長しているため、水素原子の拡散が抑止され、水素化物析出領域の生長が抑制されると考えられる。このことは、針状  $\alpha$  組織においても同様に考えられる。

以上の結果を基に、Fig.15 に、等軸  $\alpha$  組織試料における水素脆性き裂の発生および伝播経路を模式的に示す。また、水素脆性破面横断面の観察結果を図中に示す。水素脆性破面の横断面では、き裂は主として初析  $\alpha$ - $\beta$  界面を伝播しており、一部では初析  $\alpha$  相内を通過している。したがって、脆い水素化物の形成が主として  $\alpha$ - $\beta$  界面で生じることから、き裂の初生は主として初析  $\alpha$ - $\beta$  界面の水素化物相で生じ、以後水素化物相が多く存在する初析  $\alpha$ - $\beta$  界面に沿ってき裂が伝播すると考えられる。また、本研究では、 $\alpha$  相内にも水素化物が析出しているため、これらに沿うと思われる初析  $\alpha$  相内の伝播も比較的良好に認められる。針状  $\alpha$  組織試料では、Fig.16 に代表例を示すように、き裂は一部針状  $\alpha$ - $\beta$  界面を進展する場合が見られるが、主として針状  $\alpha$  相を横切って進展する。また、水素無添加材で通常観察されるようなき裂の大きな偏倚<sup>(9)</sup>は認められない。したがって、水素化物析出面に沿ってき裂が容易に進展したと推定される。

#### IV. 結 論

種々の熱処理を施した Ti-6Al-4V 合金に電解チャージ法により水素添加し、計装化シャルピー衝撃試験により衝撃靱性を評価するとともに、熱処理条件およびマイクロ組織因子と水素脆化との関連性を検討した。その結果、次の様な結果を得た。

(1) 各吸収エネルギー減少率 ( $r_i$ ,  $r_p$  および  $r_t$ ) および破壊荷重減少率 ( $r_l$ ) から評価される水素脆化傾向は、水素添加時間とともに増大する。そして、等軸  $\alpha$  組織試料では、

溶体化温度が  $\beta$  トランザス (1265 K) に近いほど、すなわち初析  $\alpha$  相の面積率が小さいほど水素脆化傾向は高くなるが、針状  $\alpha$  組織試料の水素脆化傾向は、溶体化温度 1173 K の場合 (等軸  $\alpha$  組織) よりも高いが 1228 K の場合 (等軸  $\alpha$  組織) よりも低い。また、いずれの組織でも、溶体化後水冷した場合の方が空冷した場合よりも水素脆化傾向が低い。

(2) 水素添加試料破面では、破面側面に水素脆性破面が形成され、その幅が増大するとともに  $r_i$ ,  $r_p$ ,  $r_t$  および  $r_l$  が増大する。

(3) 水素脆性破面幅は、水素化物析出領域の幅と一致し、水素添加時間とともに放物線的に増加する。

(4) 水素脆性破面幅と水素含有量とは、比例関係にある。

(5) 水素化物は、 $\alpha$ - $\beta$  界面の  $\alpha$  相側へ主として析出し、 $\alpha$  相内への析出も認められた。

(6) 等軸  $\alpha$  組織試料では、水素脆性き裂は主として、初析  $\alpha$ - $\beta$  界面を伝播するが、初析  $\alpha$  相内の伝播も認められる。針状  $\alpha$  組織試料では、主として針状  $\alpha$  相内を横切って水素脆性き裂が伝播する。

最後に、Ti-6Al-4V 合金試料を御提協下さった住友金属工業株式会社、水素分析および研究遂行に御援助頂いた株式会社富士電機総合研究所ならびに実験に御協力下さった豊橋技術科学大学学生 鈴木賢治君に感謝致します。なお、本研究の一部は、昭和 60 年度文部省科学研究費補助金 (奨励研究 (A)) を受けて行れた。

#### 文 献

- (1) 大角泰章：金属水素化物，化学工業社，(1983)。
- (2) D.Zamir and C.Kom：Proc.Int.Conf.on Strength of Metals and Alloys, Supplement to Trans. JIM, **9** (1968), p.642.
- (3) D.A.Meyn：Met. Trans., **5** (1974), 2405.
- (4) 例えば，C.R.Mckinsey, M.Stern and R.A.Perkins：Trans.ASM, **50** (1958), 438.
- (5) I.I.Phillips, P.Poole and L.L.Shreir：Corrosion Sci., **12** (1972), 855.
- (6) 筒井光範，藤瀬直正：日本金属学会誌，**39** (1975), 460.
- (7) 水野忠彦，新藤紀一，諸住 高：防食技術，**26** (1977), 185.
- (8) T.Kobayashi：Eng. Frac.Mech., **19** (1984), 49.
- (9) 新家光雄，小林俊郎，佐々木伸行：鉄と鋼，**72** (1986), 633.
- (10) 小林俊郎，加藤鋭次，清水伸浩，上田倅完：軽金属，**31** (1981), 185.
- (11) H.L.Yakel, Jr.：Acta Crystallogr., **11** (1958), 49.
- (12) G.F.Pittianato and W.D.Hanna：Metall. Trans., **3** (1972), 2905.
- (13) R.J.Wasilewski and G.L.Kehl：Metallurgia, (1954), 225.
- (14) G.V.Kidson：J.Nucl.Mat., **3** (1961), 21.
- (15) 圓城敏男，黒田敏雄：日本金属学会誌，**49** (1985), 320.